

Poly(butylene terephthalate) 섬유 방사속도와 용제처리조건에 따른 미세구조 형성과 물성

이선희, 조현욱

부산대학교 섬유공학과

Fine Structure Formation and Properties with Take-up Velocities and Solvent Treatment Conditions of Poly(butylene terephthalate) Fibers

Sun Hee Lee, and Hyun Hok Cho

Dept. of Textile Engineering, Pusan National University, Pusan, Korea

1. 서론

PBT는 엔지니어링 플라스틱용으로 전기·전자부품, 자동차부품에 주로 사용되며 이 두 종의 용도로 약 80%정도 소비된다. 섬유로 사용하는 것은 매우 소량이다. PBT섬유는 가연가공하여 주로 사용되며 스트레치 가공사로 되었을 때 중요한 특징은 권축의 신장회복성이 PET 및 나일론 6 섬유보다 아주 우수하다는 것이다. PBT 섬유에 관한 연구[1-3]는 주로 섬유화 가능성에 관한 것을 타진하는 것으로써, 그 중 Spruiell[1-2]은 권취속도 1000-5600m/min에서 얻어진 PBT 필라멘트의 구조와 물성에 대하여 연구하였다. 그는 방사시 온라인상의 직경변화, 온도, 하중의 변화에 대해 연구하였으며, 방사선상에서 PET에 비해 결정화속도가 매우 빠르다고 보고하였다.

섬유에 대한 용제의 작용에 관한 연구들은, 주로 섬유와 용제간의 상호작용[4]과 섬유나 섬유집합체의 구조변화에 관한 것으로 나누어진다. 한편, 최근 Cuculo 등[5-9]의 연구를 살펴보면, 고강도 PET 필라멘트를 얻기 위해 방사선상에 액체등온배스(liquid isothermal bath, LIB)를 설치하여 방사한 바 있다. 여기서 방사 인자로서 권취속도, LIB 위치와 깊이 및 온도에 대하여 폭넓게 연구하였다. 이러한 방법은 용융방사에서 중요한 인자인 응력과 온도를 조정하는 것이며, 이 때 얻어진 섬유는 섬유내 비정영역의 배향은 증가시키고 결정화는 낮게 나타나며, 일반적으로 연신·열처리하여 얻어진 섬유의 최종물성과 유사하다고 보고하였다. 즉, 고강도, 고탄성률, 저수축률 섬유를 얻었다. 이때 액체는 1,2-propandiol을 120~160℃의 여러 온도로 사용하였으며, 용제와의 상호작용보다는 열전달의 매질로서 사용한 듯하다. PBT 섬유는 용제와의 상호작용에 관한 문헌은 아직 보고되어 있지 않다.

본 연구는 PBT를 1-8km/min의 다양한 속도로 권취하여 얻어진 섬유의 미세구조와 물성을 살펴보았다. 또한 PBT섬유에 다양한 용제를 사용하여 온도와 처리조건을 변화시키면서 얻어진 섬유의 구조와 물성에 어떠한 영향을 주는지 살펴보았다.

2. 실험 방법

2.1 시료

PBT(IV=0.85) pellets을 사용하였으며, 275°C에서 직경이 0.5mm인 노즐을 통해서 토출량을 5.0g/min으로 유지하여 방사한 PBT 섬유를 권취속도 1~8km/min 속도로 변화시켜 얻었다. 이렇게 얻어진 섬유는 n-부탄올(n-butyl alcohol, BT), 벤질 알콜(benzyl alcohol, BA), 다이옥산(dioxane, DO), 디메틸포름아마이드(dimethylformamide, DMF), 사염화에탄(tetrachloroethane, TCE) 및 증류수에서 정장과 무긴장 상태로 1시간동안 처리하였으며, 처리온도는 40, 60, 80, 100, 120°C등으로 변화시켰다. 이때 정장처리는 stainless steel의 기구에 일정한 장력으로 시료를 감아서 양 말단을 고정시켜서 실시하였고, 무긴장 처리 시료는 아무 보조기구 없이 환상의 타래형으로 만들어서 실시하였다.

2.2 특성분석

밀도는 사염화탄소(CCl₄, 1.59)와 헵탄(n-heptane, 0.68)의 혼합용액으로 23°C에서 밀도구배관법에 의해 측정하였다. Rigaku사의 D/max-III-A형의 X-선 회절장치로 Ni 필터로 여과한 CuK α 선을 이용하여 적도선방향($2\theta=5\sim 40^\circ$)의 광각 X-선 강도분포 곡선을 얻었다. 기계적 물성은 Shimadzu제의 AGS-500D Autograph를 이용하여 시료 길이 50mm/min, 인장속도 50mm/min의 조건으로 실온에서 측정하였다. 얻어진 응력-변형률 곡선에서 각각 강도, 신도, 초기탄성률을 구하였다.

3. 결과 및 고찰

Figure 1은 여러 속도별로 얻어진 PBT 섬유의 밀도를 나타낸 것이다. 방사속도가 증가할수록 밀도는 증가하고 있다. Figure 2는 방사속도별로 얻어진 PBT섬유의 X-선 회절강도분포곡선이다. PBT는 $2\theta=17.2^\circ$, 23.6° 에서 $(010)_\alpha$, $(100)_\alpha$ 면의 회절피크가 나타난다고 알려져 있다. 방사속도가 3km/min 이상에서 각 결정면의 회절상이 보이기 시작하며, 방사속도가 증가할수록 발달하고 있다. 방사속도가 5km/min이상이면 $(010)_\alpha$, $(100)_\alpha$ 면을 나타내는 피크가 왼쪽으로 이동하고 있음을 확인할 수 있으며, 약 16.8° , 22.4° 부근에서 최대피크를 보이고 있는데 이것 β 형 결정의 $(010)_\beta$, $(100)_\beta$ 면으로 확인된다. 이것으로 방사속도가 5-6km/min사이에서는 펼쳐진 사슬인 β 형 구조가 발달하고 있음을 볼 수 있다. Figure 3은 방사속도별로 얻어진 PBT 섬유의 s-s곡선을 나타낸 것이다. 방사속도가 증가할수록 신도는 감소하고 강도는 증가하는 경향을 보이고 있다. Figure 4는 부탄올에서 각 온도별로 처리한 PBT 섬유(방사속도 1km/min)의 X-선 회절강도분포곡선이다. 무긴장 상태의 회절곡선에서 부탄올 용제의 온도가 80°C이상인 경우 약간의 변화가 있으며, 긴장상태에서는 결정 영역의 변화는 없는 것으로 보인다.

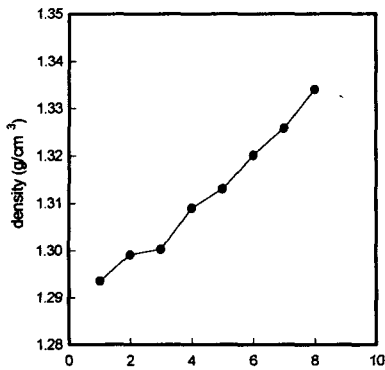


Figure 1. Density of PBT fibers spun of various take-up velocities.

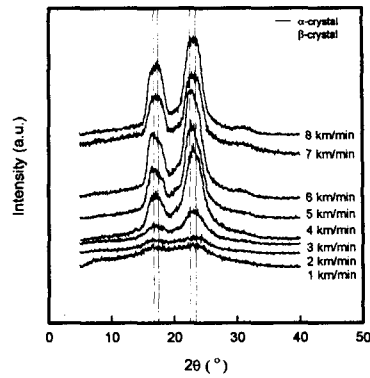


Figure 2. WAXD equatorial profiles of PBT fibers spun of various take-up velocities.

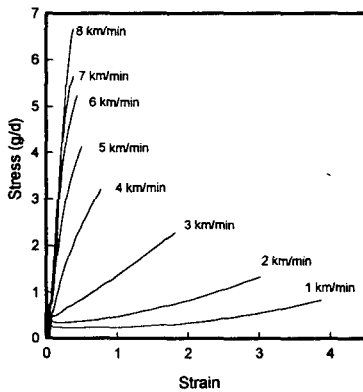


Figure 3. Stress-strain curves of PBT fibers spun of various take-up velocities.

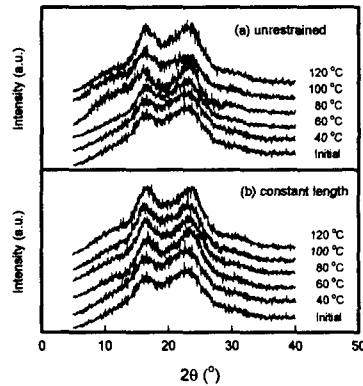


Figure 4. WAXD equatorial profiles of PBT fibers treated in butanol.

4. 참고문헌

- 1) F. M. Lu and J. E. Spruiell, *J. Appl. Polym. Sci.*, **31**, 1595(1986).
- 2) S. Chen, W. Yu, and J. E. Spruiell, *J. Appl. Polym. Sci.*, **34**, 1477(1987).
- 3) P. L. Carr, R. Jakeways, J. L. Klein, and I. M. Ward, *J. Polymer Sci.:Part B: Polymer Physics*, **35**, 2465(1997).
- 4) H. D. Weigmann, and A. S. Ribnick, *Text. Res. J.*, **44**, 165(1974)
- 5) C. Y. Lin, P. A. Tucker, and J. A. Cuculo, *J. Appl. Polym. Sci.*, **46**, 531(1992).
- 6) G. Wu, Q. Zhou, J. Y. Chen, J. F. Hotter, P. A. Tucker, and J. A. Cuculo, *J. Appl. Polym. Sci.*, **55**, 1275(1995).
- 7) Q. Zhou, G. Wu, P. A. Tucker, and J. A. Cuculo, *J. Polymer Sci.:Part B: Polymer Physics*, **33**, 2465(1995).
- 8) G. Wu, P. A. Tucker, and J. A. Cuculo, *Polymer*, **38**, 1091(1997)
- 9) B. Huang, P. A. Tucker, and J. A. Cuculo, *Polymer*, **38**, 1101(1997)